

**Method of manufacturing a steel having good formability and good resistance to indentation**

Patent Number: ☐ US5645656  
Publication date: 1997-07-08  
Inventor(s): RUBIANES JOSE MANUEL (FR)  
Applicant(s):: LORRAINE LAMINAGE (FR)  
Requested Patent: ☐ EP0703298  
Application Number: US19950528210 19950913  
Priority Number(s): FR19940011481 19940923  
IPC Classification: C21D8/02  
EC Classification: C21D8/04 ; C21D9/48  
Equivalents: ☐ FR2724946

**Abstract**

A method is provided for manufacturing a low carbon steel having good formability and good resistance to indentation. In this method, an ingot of low carbon steel is first hot-rolled, followed by a cold rolling of the resulting hot-rolled sheet. The cold-rolled sheet is then subjected to a first high temperature annealing to cause recrystallization and dissolution of some of the carbon contained in the steel. Next, the sheet is subjected to a second low temperature annealing to cause to dissolved carbon to precipitate as iron carbide. Finally, the sheet is work-hardened by a minor cold-rolling operation.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

hot rolled  
cold rolled  
high temp anneal  
~750C for 25hr low temp anneal  
SKIN PASS  
BH 50-60 mPa

## Claims

What is claimed:

1. A method of manufacturing a soft, low carbon steel sheet by hot rolling of an ingot, followed by cold rolling of the hot-rolled sheet, followed by a first high temperature annealing of the cold-rolled sheet; wherein the first annealing of the cold-rolled sheet is an annealing involving recrystallization and dissolution of more than 6-10 ppm of the carbon contained in the steel, followed by an optional accelerated age-hardening step after which the amount of dissolved carbon is still above 6-10 ppm; and after the first high temperature annealing the sheet is subjected to a second annealing, at low temperature, whereby the dissolved carbon is precipitated as iron carbide, wherewith thereafter work-hardening is effected by an additional, minor cold-rolling operation.

2. A method according to claim 1, wherein the amount of carbon dissolved in the steel at the exit from the first annealing is greater than 6 ppm.

3. A method according to claim 1, wherein the first annealing of the cold-rolled sheet is carried out at a temperature in the range 750 DEG -900 DEG C. for a duration of time in the range of 0-15 min, followed by an accelerated age-hardening step in which the conditions of temperature, time, and annealing are in the domain illustrated in FIG. 2 in a temperature versus time plot comprised of the temperature range 0 DEG -850-DEG C. and time 0-15 min, not including the region A delimited by the points:

A1 (15 min, 440 DEG C.);

A2 (40 sec, 440 DEG C.);

A3 (40 sec, 350 DEG C.), and

A4 (15 min, 250 DEG C.) FIG. 2;

wherewith the line connecting the points A3 and A4 is curved.

4. A method of manufacturing a soft, low carbon steel sheet by hot rolling of an ingot, followed by cold rolling of the hot-rolled sheet, followed by a first high temperature annealing of the cold-rolled sheet; wherein the first annealing of the cold-rolled sheet is an annealing involving recrystallization and dissolution of more than 6-10 ppm of the carbon contained in the steel, followed by an optional accelerated age-hardening step after which the content of dissolved carbon is still above 6-10 ppm; wherein after the said first high temperature annealing the sheet is subjected to a second annealing, at low temperature, whereby the dissolved carbon is precipitated as iron carbide, wherewith thereafter work-hardening is effected by an additional, minor cold-rolling operation; and wherein the temperature conditions and duration of the second annealing low temperature are in the domain represented in FIG. 3 in a temperature versus time plot by the region B delimited by the points:

B1 (1 hr, 50 DEG C.),

B2 (3 min, 170 DEG C.),

B3 (20 hr, 170 DEG C.),

B4 (48 hr, 120 DEG C.),

B5 (100 hr, 120 DEG C.),

B6 (100 hr, 40 DEG C.) FIG. 3.

5. A method according to claim 4, wherein the second annealing is carried out at a temperature on the order of 75 DEG C. for a duration on the order of 25 hr.

6. A method according to claim 1, wherein the soft, low carbon steel has a composition as follows in thousandths of a percent by weight (ppm):

---

carbon 1-100

phosphorus

0-100

aluminum

10-100

manganese

0-1000  
nitrogen  
1-10  
silicon 0-1000  
sulfur 0-25

---

with the remainder comprising iron and residuals from the production process.

7. A soft, low carbon steel, produced by a method according to claim 1.

8. The method according to claim 1, wherein the temperature conditions and duration of the second annealing low temperature are in the domain represented in FIG. 3 in a temperature versus time plot by the region B delimited by the points:

B1 (1 hr, 50 DEG C.),  
B2 (3 min, 170 DEG C.),  
B3 (20 hr, 170 DEG C.),  
B4 (48 hr, 120 DEG C.),  
B5 (100 hr, 120 DEG C.),  
B6 (100 hr, 40 DEG C.) FIG. 3.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

## Description

The invention relates to a method of manufacturing a low carbon steel having good formability and good resistance to indentation, and sheet or plate obtained by said method.

It is known, e.g., in the automobile sector, home appliance sector, or metal furniture sector, to employ low carbon sheet produced by hot rolling of an ingot followed by cold rolling, followed by hot annealing (either continuous or discrete). When such sheet is used, e.g. as the outer covering structure of an automobile body or a domestic appliance cabinet, stamping and/or bending operations are used to form the structure.

During the forming, the non-deformable parts retain their initial elastic limit  $R_e$ , whereas the deformed parts have an elevated elastic limit as a result of the cold work-hardening to which they are subjected. After the parts are formed, they are generally subjected to enameling or the like, with subsequent heating to cure or develop (by firing) the enamel. Upon leaving this heat treatment, the elastic limits of the elements may have been further increased, in connection with substantial hardening of the material.

This phenomenon of hardening accompanying the baking of the enamel is known as "bake hardening" (BH).

In producing automobile body components, the steel sheet as supplied from a coil of cold rolled, annealed steel should have the lowest elastic limit  $R_e$  possible in order to facilitate forming, whereas after the baking of the enamel the material of the finished piece should have a higher elastic limit, in order to confer good resistance to indentation, so as to minimize denting, scoring, and scratching of the surface as a result of contact with small objects (e.g., denting and scratching from contact of the key in the neighborhood of the door lock of an automobile). Also, a high elastic limit  $R_e$  enables using a thinner sheet, thereby saving weight, which is a major consideration in automobile manufacturing.

→ low elastic limit  $R_e$  before forming  
→ high elastic limit after forming

It is known that the elastic limit of a deformed region of a sheet depends on the deformation which it has undergone during forming. Because the degree of increase in the elastic limit is largely dictated by the shape of the piece and is thus not an independent variable, it is difficult to influence it without changing the shape itself.

It is also known that a low carbon steel sheet having good stampability (thus a relatively low elastic limit) can be converted to a stamped piece with good resistance to indentation (thus a relatively high elastic limit) by maximizing the bake hardening (BH) of the steel which occurs as an incident of the baking of the enamel.

These properties are optimized by metallurgical means. A first solution to obtain a steel having good BH is to produce a steel softened or "calmed" with aluminum, without addition of titanium or niobium, possibly with addition of phosphorus and/or manganese and/or silicon, and with the use of either continuous or discrete annealing. This type of steel enables the elastic limit due to BH (i.e., following the BH) to be increased to on the order of 40 MPa.

→ much smaller than  $70 \frac{N}{mm^2}$

The drawback of this solution is that the steel obtained is one which undergoes age-hardening; further, if one desires a relatively high level of the BH property, the age-hardening will be still further accentuated, and the steel will have too much carbon in solution. The mechanical characteristics of such a steel will degrade over time, particularly during storage. The elastic limit will increase, and the elongation at failure and the cold work-hardening coefficient will decrease. Thus, while the coil is being warehoused, the cold work-hardening qualities of the sheet (e.g., its stampability) will degrade rapidly, wherewith there will be a risk that the situation may be reached during forming wherein the elastic limit has been essentially exceeded and stretcher strain (vermiculated strain) occurs.

A second solution consists of producing a sub-stoichiometric IF steel, with continuous annealing. Such steels are produced with the addition of titanium and/or niobium, which creates precipitates with the nitrogen and carbon in the steel, which precipitates are in the form of (among others) titanium nitride, titanium carbide, and/or niobium carbide. During the production of the steel the content of the titanium and/or niobium, as well as the content of carbon and nitrogen is monitored and to some extent

mechanical properties will degrade during storage

controlled, which enables the controlling of the carbon content remaining in solution in the steel. In order to provide for a BH property, it is necessary to leave some of the carbon in the steel available rather than deactivated (in a precipitate or the like). If all of the carbon in the steel is rendered unavailable for BH, none is left in solution. Consequently the sheet product does not exhibit BH. Of course, it does not exhibit age-hardening either. Thus a small amount of carbon must be left in solution, representing a compromise between BH and age-hardening. This is accomplished by the stoichiometric dosing of titanium and/or niobium.

The drawback of this solution is the difficulty and complexity of carrying it out, particularly with regard to the accuracy of control of the content of titanium, niobium, carbon, and nitrogen in the steel, to correctly control the amount of dissolved carbon, in that in order to achieve the desired effect the accuracy required is on the order of parts per million (ppm). Because of this difficulty, often with the Ti/Nb precipitate method one settles for producing a steel with low BH in order to assure low age-hardening.

A third solution consists of producing the steel by the "IF CHR" method. Such steels are produced with the addition of titanium and/or niobium in quantities such that all of the nitrogen in solution and all of the carbon in solution is initially captured in a precipitate comprised of titanium and/or niobium. The steel is then annealed by continuous annealing at a temperature above 850 DEG C., followed by rapid cooling at a rate greater than 80 DEG C./sec. Thus, during the production of the steel all of the carbon is captured in a precipitate by the niobium and/or the titanium; wherewith during the high temperature annealing a part of the carbon which was removed from solution is redissolved, and the rapid cooling prevents reprecipitation of the carbon.

The drawback of this solution is as follows:

Whereas the control of the content of titanium, niobium, carbon, and nitrogen is less exacting (as to the required accuracy) than with the previously mentioned solution, such control is still complex in practice; and

The high temperature annealing and subsequent rapid cooling (at the high rate needed to achieve the desired effect) are costly and difficult to carry out.

With this solution as well, often the tendency will be to sacrifice an appreciable amount of BH in order to alleviate the problem of age-hardening.

The present invention relates to a method of manufacturing a soft steel which method enables the above-mentioned drawbacks to be alleviated with less compromise between BH and age-hardening.

In particular, the invention relates to a method of manufacturing a soft, low carbon steel sheet by hot rolling of an ingot, followed by cold rolling of the hot-rolled sheet, followed by annealing of the cold-rolled sheet; characterized in that the first annealing of the cold-rolled sheet is an annealing involving recrystallization and dissolution of some of the carbon contained in the steel, possibly followed by an accelerated age-hardening step (a low temperature heat treatment), after which the content of the dissolved carbon is still above the specified level; and in that after the said first high temperature annealing the sheet is subjected to a second annealing, at low temperature, whereby the dissolved carbon is precipitated as iron carbide, wherewith thereafter work-hardening is effected by an additional, minor cold-rolling operation, known as a "skin pass".

According to the characteristics of the invention:

The content of carbon dissolved in the steel at the exit from the first annealing is greater than 6 ppm, preferably greater than 10 ppm.

The first annealing of the cold-rolled sheet is carded out at a temperature in the range of 750 DEG -900 DEG C. for a specified duration, followed by an accelerated age-hardening step in which the conditions of temperature, time, and annealing are in the domain illustrated in a temperature versus time plot comprised of the temperature range 0 DEG -900 DEG C. and time 0-15 minutes, not including the region

A delimited by the points:

A1 (15 min, 440 DEG C.);

A2 (40 sec, 440 DEG C.);

A3 (40 sec, 350 DEG C.), and

A4 (15 min, 250 DEG C.) FIG. 2;

The rate of cooling of the cold-rolled sheet in passing from the temperature of the first annealing to the temperature of the subsequent cooling stage, and

the temperature following the first cooling stage is in the range of 1 DEG C. to 100 DEG C./sec;  
The temperature conditions and duration of the second annealing (low temperature) are in the domain represented in a temperature versus time plot by the region B delimited by the points:

B1 (1 hr, 50 DEG C.),

B2 (3 min, 170 DEG C.),

B3 (20 hr, 170 DEG C.),

B4 (48 hr, 120 DEG C.),

B5 (100 hr, 120 DEG C.),

B6 (100 hr, 40 DEG C.) FIG. 3

The second annealing is carried out at a temperature on the order to 75 DEG C. over a long duration, on the order to 25 hours.

The soft, low carbon steel has a composition as follows (in thousandths of a percent by weight):

---

carbon 1-100

phosphorus

0-100

aluminum

10-100

manganese

0-1000

nitrogen

1-10

silicon 0-1000

sulfur 0-25

---

with the remainder comprising iron and residuals from the production process.

The present invention also relates to steel sheet comprised of soft, low carbon steel material, which sheet is obtained according to the described method.

The characteristics and advantages of the invention will become evident in the course of the following description with reference to the accompanying drawings, which description and drawings are offered solely by way of example:

FIG. 1 shows the cycle of the first annealing of the cold-rolled steel;

FIG. 2 shows the domain of the accelerated age-hardening step;

FIG. 3 shows the domain of the second annealing, at low temperature, and

FIGS. 4 and 5 show the increase in the elastic yield point of a soft steel which characterizes its bake hardening (BH).

The invention relates to a method of manufacturing a sheet comprised of low carbon soft steel, which method is comprised of hot rolling of an ingot, followed by cold rolling of the hot-rolled sheet, and annealing of the cold-rolled sheet.

In order that the sheet offer good characteristics of BH and of age-hardening, the invention consists of: carrying out a first, continuous annealing, following the cold-rolling, which annealing enables dissolution of the carbon contained in the steel, possibly followed by an accelerated age-hardening stage which reprecipitates the carbon which was in solution while limiting the decrease in the content of carbon in solution in the steel to 6 ppm, followed by a second annealing, at low temperature, wherein the carbon in solution is precipitated in the form of iron carbide followed by a work-hardening operation in the form of a minor cold-rolling (skin pass).

The soft, low carbon steel has a composition as follows (in thousandths of a percent by weight):

---

carbon 1-100  
phosphorus  
0-100  
aluminum  
10-100  
manganese  
0-1000  
nitrogen  
1-10  
silicon 0-1000  
sulfur 0-25

---

with the remainder comprising iron and residuals from the production process.

One may also use a steel having a composition similar to that described immediately, supra, but with addition of titanium and/or niobium in order to capture a part of the nitrogen and of the carbon in a precipitate, by classical means, but wherewith a certain amount of carbon is left uncombined and available to form iron carbides.

As seen from FIG. 1, the cycle of the first annealing consists of increasing the temperature of the sheet to a temperature t1 in the range 750 DEG -900 DEG C., and maintaining this temperature for a duration of 30 sec to 10 min), then cooling the sheet to a temperature t2, and maintaining this temperature for a specified time in an accelerated age-hardening step.

It is also possible to cool the sheet rapidly to a temperature t3 (which is below t2) and then heat it rapidly to t2, following which the temperature is maintained at t2 for a specified time in an accelerated age-hardening step.

The age-hardening step need not be isothermal, but as in FIG. 1 the temperature may vary over time.

As seen from FIG. 2, the conditions of the temperature t2 and the duration of the accelerated age-hardening are within the non-hatched region on the plot of temperature versus time (ordinate 0 DEG - 850 DEG C., abscissa 0-15 min), said non-hatched region being that outside the region delimited by the points:

A1 (15 min, 440 DEG C.);  
A2 (40 sec, 440 DEG C.);  
A3 (40 sec, 350 DEG C.), and  
A4 (15 min, 250 DEG C.)

The line connecting points A3 and A4 is not straight as are those connecting A1 and A2, A2 and A3, and A4 and A1, respectively, but is curved.

As seen from FIG. 2 one may in fact obviate the accelerated age-hardening step, in that the coordinates (0,0) are part of the available non-hatched domain.

The rate of cooling of the sheet in passing from the annealing temperature t1 to the temperature t2 of the cooling step, and following the cooling step, is not of great importance in the inventive method, and e.g., may be in the range 1 DEG -1000 DEG C./sec.

As seen in FIG. 3, the conditions of temperature and duration of the second low temperature annealing are within the domain represented on a temperature versus time plot by the non-hatched region B delimited by the points:

B1 (1 hr, 50 DEG C.),  
B2 (3 min, 170 DEG C.),  
B3 (20 hr, 170 DEG C.),  
B4 (48 hr, 120 DEG C.),  
B5 (100 hr, 120 DEG C.),

**B6 (100 hr, 40 DEG C.)**

Preferably the second annealing is carded out at a temperature on the order of 75 DEG C., over a long duration, on the order of 25 hr.

This second, low temperature annealing precipitation provides an opportunity for part of the dissolved carbon to precipitate in the form of iron carbide, whereby the content of carbon in solution is decreased, wherewith the steel can have good aging properties (i.e., good stability with respect to age-hardening) so that it does not suffer major undesirable changes of properties during storage.

during the baking of the enamel, after the forming and enameling of the article, part of the iron carbide becomes redissolved to form carbon in solution, which results in beneficial BH.

Thus, the invention consists of:

a first annealing in which the lowering of the content of carbon in solution is limited, with 10-15 ppm carbon in solution being retained, followed by

a second sealing, in which the carbon in solution is transformed into iron carbide, such that after baking of the enamel a sufficient amount of dissolved carbon will be present that the article will have beneficial BH (bake hardened) characteristics.

The carbon in the form of iron carbide not redissolved exerts a beneficial influence on the BH.

Numerous tests were performed on the steel having the following composition (in units of 0.0.001 wt. %):

---

C 19 Cu 12  
Mn 203 Ni 30  
P 9 Cr 15  
S 9 Sn 1  
N 5 Nb <5  
Al 52 Ti <5  
Si 1 Mo 3

---

<#s> This steel underwent cold-rolling followed by a first annealing at 800 DEG C. and then an accelerated aging at 400 DEG C., 30 sec. A number of samples of this steel were subjected to a second annealing at a low temperature under various conditions of temperature and time, followed by a skin-pass operation until the layer having a relatively low elastic limit was eliminated.

Each sample was then subjected to a thermal treatment (170 DEG C., 20 min) similar to that involved in baking of an enamel.

For each sample, the following were measured:

mechanical characteristics in the direction transverse to the rolling direction;

the cold work-hardening coefficient,  $n$ , and

elongation of the elastic limit (percentage plastic deformation  $P$ ) after the second (low temperature) heat treatment and after the stimulated baking of the enamel.

The mechanical characteristics were measured on ISO 12.5.times.50 mm samples according to the standard NF EN 10002-1. Then BHo (BH without predeformation, i.e., at zero percent deformation) was calculated.

As illustrated in FIG. 4, the value of BHo is the difference between the lower elastic yield point after the enamel baking  $ReL1$ , and that before the enamel baking,  $Re$ .

BH2, the Bh at 2% deformation, was also calculated. For this purpose, the sample which had been subjected to the first heat treatment was stretched to an elongation of 2%, following which the baking treatment was carried out. As seen from FIG. 5, BH2 is the difference between the lower elastic yield point after the baking  $ReL2$ , and the plastic yield point after cold deformation,  $Rp2\%$  :

$BH2 = ReL \text{ (after baking heat treatment)} - R2\% \text{ (before baking heat treatment)}$ .



The results of these tests are reported in the following Table:

---

BHo BH2  
Echantillon  
Traitement  
P % n (MPa) (MPa)

---

A 60 DEG C./5 h  
0.30 0.204 61 93  
B 60 DEG C./24 h  
0.45 0.214 53 88  
C 75 DEG C./1 h  
0.25 0.207 57 90  
D 75 DEG C./10 h  
0.30 0.205 54 91  
E 120 DEG C./4 h  
0.35 0.207 36 72  
F 140 DEG C./30"  
0.40 0.209 48 82  
G 140 DEG C./2 h  
0.40 0.210 41 72  
H 160 DEG C./1 h  
0.60 0.209 36 70

---

Key to Table:  
Echantillon = Sample  
Traitement = Treatment  
h = Hours  
" = Seconds

It is seen from this Table that the BH may be greater than 60 MPa, and a BH in the range 50-60 MPa is attainable without problems or difficulties. Such high values are almost never achieved with known methods.

It is also seen that the elongation at the elastic limit (P %) remains less than 0.5%. This insures that no "stretcher strain" will occur during stamping of the sheet.

Each sample was stored 30 da at ambient temperature, to enable monitoring of age-hardening. For this purpose, the coefficient of (cold) work-hardening was measured after 6, 9, 15, 22, and 30 da.

The results of this aging test are reported in the following Table:

---

Echantillon  
B C D F H

---

1 en jours  
0.205 0.214 0.219 0.212  
0.213  
0 jour 0.199 0.198 0.204 0.196  
0.200  
6 jours 0.198 0.195 0.202 0.199  
0.198  
15 jours 0.205 0.194 0.201 0.197  
0.203  
22 jours 0.204 0.196 0.202 0.200  
0.200  
30 jours 0.192 0.204 0.205 0.203

0.200

---

**Key To Table:****Echantillon = Sample**

**Jours = Days** As seen from this Table, the coefficient of work-hardening do not vary significantly during the storage period, but remained high, which indicates a relatively low ("limited") aging characteristic as to the mechanical properties.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2



(11) **EP 0 703 298 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
27.03.1996 Bulletin 1996/13

(51) Int Cl.<sup>6</sup>: **C21D 8/04**

(21) Numéro de dépôt: **95401923.8**

(22) Date de dépôt: **22.08.1995**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LI LU NL  
PT SE**

(30) Priorité: **23.09.1994 FR 9411481**

(71) Demandeur: **SOLLAC**  
**F-92800 Puteaux (FR)**

(72) Inventeur: **Rubianes, José Manuel**  
**F-57158 Montigny Les Metz (FR)**

(74) Mandataire: **Ventavoli, Roger**  
**TECHMETAL PROMOTION (Groupe USINOR**  
**SACILOR),**  
**Immeuble " La Pacific ",**  
**11/13 Cours Valmy - La Défense 7,**  
**TSA 10001**  
**F-92070 Paris La Défense Cédex (FR)**

(54) **Procédé de fabrication d'un acier présentant une bonne aptitude à la mise en forme et une bonne résistance à l'indentation**

(57) L'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une tôle en acier doux bas carbone par laminage à chaud d'une brame, puis laminage à froid de la tôle laminée à chaud, et recuit de la tôle laminée à froid dans lequel le recuit de la tôle laminée à froid est un premier recuit continu qui contrôle la teneur en carbone en solu-

tion dans l'acier et en ce qu'après ce recuit, on soumet la tôle à un second recuit à basse température qui précipite le carbone en solution sous forme de carbure de fer.

L'invention a également pour objet une tôle en acier doux obtenue par ce procédé.

EP 0 703 298 A1

## Description

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un acier doux à bas carbone présentant une bonne aptitude à la mise en forme et une bonne résistance à l'indentation, ainsi qu'une tôle obtenue par ce procédé.

Dans le domaine, par exemple de l'automobile, de l'électroménager ou de l'ameublement métallique, il est connu d'utiliser des tôles en acier doux à bas carbone obtenues par laminage à chaud d'une brame, puis laminage à froid et recuit de la bande laminée à chaud, le recuit étant soit un recuit continu, soit un recuit base.

Lorsque l'on utilise ce type de tôle, par exemple pour faire des éléments de robe de carrosserie automobile ou de carrosserie d'appareil électroménager, celle-ci est mise en forme par emboutissage ou par pliage.

Pendant l'opération de mise en forme, les parties non déformées conservent leur limite d'élasticité initiale  $R_e$  et les parties déformées ont une limite élastique augmentée du fait de l'écrouissage qu'elles ont subi.

Lorsque ces éléments sont mis en forme, ils sont généralement mis en peinture et subissent un traitement thermique dans le but d'effectuer la cuisson de la peinture.

A l'issue de ce traitement thermique, la limite élastique de l'élément peut augmenter, ce qui se traduit par un durcissement important dudit élément.

Ce phénomène de durcissement secondaire à la cuisson de la peinture est connu sous le nom de "Bake Hardening", communément appelé BH.

Pour réaliser des éléments de robe de carrosserie automobile par exemple, il faut que la tôle d'acier utilisée issue de la bobine laminée à froid et recuite présente une limite d'élasticité  $R_e$  la plus faible possible pour faciliter la mise en forme et il faut également que sur la pièce finie, c'est à dire après cuisson de la peinture, la limite d'élasticité  $R_e$  soit élevée afin que la pièce présente une bonne résistance à l'indentation, du type gravillonnage ou marquage des surfaces par contact de petits objets (cas typique du contact de la clé autour de la serrure sur une portière automobile), et afin d'en réduire l'épaisseur et ainsi d'en réduire le poids, ce qui est un facteur très important dans le domaine automobile.

Or on sait que l'augmentation de la limite d'élasticité des parties déformées dépend de la déformation subie par la tôle lors de sa mise en forme.

Ce type d'augmentation de la limite d'élasticité est dicté par la forme de la pièce et est donc subie, il est difficile de la maîtriser sans passer par une modification de la forme.

Il est connu pour obtenir une tôle en acier doux présentant une bonne aptitude à l'emboutissage, donc une limite d'élasticité relativement faible, et une bonne résistance à l'indentation de la pièce emboutie, donc une limite d'élasticité relativement élevée, de maximiser la propriété BH de durcissement secondaire de l'acier à la cuisson.

Ces propriétés sont maximisées par voie métallurgique.

Une première solution pour obtenir un acier possédant une bonne propriété BH consiste à élaborer un acier calmé à l'aluminium, sans ajout de titane, ni niobium, soit en recuit continu, soit en recuit base, avec éventuellement ajout de phosphore et/ou de manganèse et/ou de silicium.

Ce type d'acier permet une augmentation de la limite d'élasticité due au BH de l'ordre de 40 MPa.

L'inconvénient de cette solution est que l'acier obtenu est un acier vieillissant, et si on désire un niveau de propriété BH plus élevé, l'acier sera encore plus vieillissant et possèdera trop de carbone en solution.

Les caractéristiques mécaniques d'un tel acier se dégradent donc au cours du temps, pendant le stockage en particulier.

En effet la limite d'élasticité croît, l'allongement après rupture et le coefficient d'écrouissage décroissent.

Ainsi, pendant le stockage de la bobine, ses qualités d'emboutissage se dégradent rapidement et on peut voir apparaître un palier de limite d'élasticité avec un risque, dans ce cas, de formation de vermiculure lors de la mise en forme.

Une seconde solution consiste à réaliser un acier IF sous stoechiométrique en recuit continu.

Ces aciers sont élaborés par ajout de titane et/ou de niobium, qui vont précipiter avec l'azote et le carbone de l'acier, sous la forme, entre autre, de nitrure de titane, de carbure de titane et/ou de niobium.

Le contrôle de la teneur en titane et/ou en niobium ainsi qu'en carbone et en azote permet de contrôler, lors de l'élaboration de l'acier, la teneur en carbone restant en solution dans l'acier.

Pour obtenir la propriété BH, il est nécessaire de ne pas piéger tout le carbone de l'acier mais une partie seulement.

En effet, si on piège la totalité du carbone contenu dans l'acier, celui-ci ne présente plus de carbone en solution et on obtient une tôle en acier certes non vieillissant, mais ne présentant aucune propriété BH.

Il est donc nécessaire de laisser une petite quantité de carbone en solution qui permette un compromis vieillissement/ propriété BH, ce qui est le cas par le dosage sous stoechiométrique du titane et/ou du niobium.

L'inconvénient de cette solution réside dans sa faisabilité.

Il est en effet difficile et complexe de contrôler avec précision les teneurs en titane, niobium, carbone, azote dans l'acier pour doser correctement le carbone en solution, la précision requise pour obtenir l'effet recherché étant de l'ordre du ppm (partie par million).

Du fait de cette difficulté, on obtient très souvent un acier dont la propriété BH est faible afin de garantir un niveau

de vieillissement faible.

Une troisième solution consiste à élaborer l'acier par voie dite IF CHRX.

Ces aciers sont élaborés par ajout de titane et/ou de niobium, en quantités telles qu'elles permettent de piéger la totalité de l'azote et du carbone en solution. Cet acier est ensuite recuit en continu à une température supérieure à 850°C et refroidit très rapidement à une vitesse supérieure à 80°C par seconde.

Ainsi lors de l'élaboration de l'acier, la totalité du carbone est piégée par le niobium et/ou le titane. Pendant le recuit à très haute température, une partie du carbone piégé se redissout et le refroidissement très rapide évite la précipitation du carbone.

L'inconvénient de cette solution est d'une part le contrôle de la teneur en titane, niobium, carbone et azote qui, bien que moins contraignant que dans la solution précédente, reste toutefois complexe, et dans le coût et la faisabilité du recuit et du refroidissement rapide nécessaire pour obtenir l'effet recherché.

Cette solution conduit également souvent à un niveau moyen de la propriété BH de l'acier en vue de s'affranchir du problème de vieillissement.

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un acier doux permettant de s'affranchir de ces inconvénients et d'améliorer le compromis vieillissement / propriété BH.

La présente invention concerne plus particulièrement un procédé de fabrication d'une tôle en acier doux bas carbone par laminage à chaud d'une brame, puis laminage à froid de la tôle laminée à chaud, et recuit de la tôle laminée à froid, caractérisé en ce que le recuit de la tôle laminée à froid est un recuit de recristallisation et de mise en solution du carbone contenu dans l'acier, suivi d'un éventuel palier de survieillissement tel que la teneur en carbone dissous soit supérieure à une valeur déterminée, et en ce que après ce recuit, ou soumet la tôle à un second recuit à basse température qui précipite le carbone en solution sous forme de carbure de fer, et on effectue une opération d'écrouissage par laminage léger, appelée "skin-pass".

Selon d'autres caractéristiques de l'invention.

- 25 - La teneur en carbone dissous dans l'acier à l'issue du premier recuit est supérieure à 6 ppm, de préférence supérieure à 10 ppm,
- 30 - le recuit de la tôle laminée à froid s'effectue à une température comprise entre 750 et 900°C pendant une durée déterminée, suivi d'un palier de survieillissement dont les conditions de température et de recuit sont comprises dans le domaine représenté sur un graphique durée / température par le rectangle défini par les abscisses 0 et 15 mn et les ordonnées 0 et 900°C, excepté la portion A délimitée par les points A1(15mn, 440°C), A2(40", 440°C), A3(40", 350°C), A4(15 mn, 250°C), la courbe reliant les points A3 et A4 étant curviligne,
- 35 - la vitesse de refroidissement de la tôle pour passer de la température de recuit à celle du palier de refroidissement et après le palier de refroidissement est comprise entre 1 et 1000°C par seconde,
- 40 - les conditions de température et de durée du second recuit à basse température sont comprises dans le domaine représenté sur un graphique durée/température par la portion B délimitée par les points B1(1h, 50°C), B2(3', 170°C), B3(20h, 170°C), B4(48h, 120°C), B5(100h, 120°C), B6(100h, 40°C), B1,
- 45 - le second recuit s'effectue à une température de l'ordre de 75°C pendant une durée longue de l'ordre de 25 heures,
- 50 - l'acier doux bas carbone est un acier ayant la composition suivante en millièmes de pourcent pondéral :

carbone	1	à	100
phosphore	0	à	100
aluminium	10	à	100
manganèse	0	à	1000
azote	1	à	10
silicium	0	à	1000
soufre	0	à	25

55 le reste étant du fer et des résiduels issus du procédé d'élaboration.

La présente invention concerne également une tôle en acier doux à bas carbone obtenue selon ce procédé.

Les caractéristiques et avantages apparaîtront au cours de la description qui va suivre, donnée uniquement à titre d'exemple, faite en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- La figure 1 représente le cycle du premier recuit de la tôle laminée à froid.
- La figure 2 représente le domaine du palier de survieillissement.
- 5 - La figure 3 représente le domaine du second recuit à basse température.
- Les figures 4 et 5 représentent l'augmentation de la limite d'élasticité d'un acier doux inhérente à sa propriété BH.

L'invention concerne un procédé de fabrication d'une tôle en acier doux bas carbone par laminage à chaud d'une brame, puis laminage à froid de la tôle laminée à chaud, et recuit de la tôle laminée à froid.

Pour que cette tôle présente de bonnes caractéristiques en propriété BH et en propriété de vieillissement, l'invention consiste à effectuer après le laminage à froid un premier recuit continu qui permet de mettre en solution le carbone contenu dans l'acier suivi d'un éventuel palier de survieillissement qui reprécipite le carbone en solution tout en limitant la baisse de la teneur en carbone en solution dans l'acier à 6 ppm, et à effectuer ensuite un second recuit à basse température qui précipite le carbone en solution sous forme de carbure de fer, et on effectue une opération d'écrouissage par laminage léger appelée "skin-pass".

L'acier doux bas carbone est un acier ayant la composition suivante en millièmes de pourcent pondéral :

20	carbone	1	à	100
	phosphore	0	à	100
	aluminium	10	à	100
	manganèse	0	à	1000
	azote	1	à	10
25	silicium	0	à	1000
	soufre	0	à	25,

le reste étant du fer et des résiduels issus du procédé d'élaboration.

On peut également utiliser un acier ayant une composition semblable à celle décrite ci-dessus avec en plus ajout de titane et/ou de niobium dans le but de piéger une partie de l'azote et du carbone par voie classique, à condition de laisser une quantité de carbone non combiné suffisante pour former les carbures de fer.

Comme on le voit à la figure 1 le cycle du premier recuit consiste à élever la température de la tôle à une température t1 comprise entre 750 et 900°C et à maintenir cette température pendant une durée de 30 secondes à 10 minutes, puis à refroidir la tôle jusqu'à une température t2 et à maintenir cette température t2 pendant un temps déterminé pour réaliser un palier de survieillissement.

Il est également possible de refroidir la tôle jusqu'à une température t3, inférieure à t2, et de rechauffer la tôle rapidement jusqu'à la température t2, et maintenir cette température t2 pendant un temps déterminé pour réaliser un palier de survieillissement.

Le palier de survieillissement n'est pas obligatoirement isotherme, mais, comme représenté à la Fig. 1, on peut admettre une évolution de la température pendant ce palier.

Les conditions de température t2 et de durée du palier de survieillissement sont, comme on le voit à la figure 2, comprises dans le domaine non hachuré représenté sur un graphique durée / température par le rectangle défini par les abscisses 0 et 2 mn et les ordonnées 0 et 850°C, excepté la portion A hachurée délimitée par les points A1, A2, A3, A4, A1, dont les coordonnées durée / température sont les suivantes :

45	A1 :	15 mn.	440°C
	A2 :	40 sec.	440°C
	A3 :	40 sec.	350°C
50	A4 :	15 mn.	250°C

La courbe reliant les points A3 et A4 n'est pas une droite comme celle reliant les points A1 à A2, A2 à A3 et A4 à A1, mais est curviligne.

Ainsi, comme on le voit à la figure 2, on peut supprimer complètement le palier de survieillissement, le point de coordonnées (0,0) faisant partie du domaine.

La vitesse de refroidissement de la tôle pour passer de la température de recuit t1 à celle du palier de refroidissement t2 et après le palier de refroidissement n'a pas une grande importance dans le procédé selon l'invention et peut être par exemple comprise entre 1 et 1000°C.

## EP 0 703 298 A1

Comme on le voit à la figure 3, les conditions de température et de durée du second recuit à basse température sont comprises dans le domaine représenté sur une courbe durée / température par la portion B non hachurée délimitée par les points B1, B2, B3, B4, B5, B6. B1 dont les coordonnées durée / température sont les suivantes :

B1 :	1 h	50°C
B2 :	3 mn	170°C
B3 :	20 h	170°C
B4 :	48 h	120°C
B5 :	100 h	120°C
B6 :	100 h	40°C

De manière préférentielle, le second recuit s'effectue à une température de l'ordre de 75°C pendant une durée longue de l'ordre de 25 heures.

Ce second recuit à basse température permet de précipiter une partie du carbone en solution sous forme de carbure de fer et donc de diminuer la teneur en carbone en solution ce qui permet à l'acier d'avoir de bonnes propriétés au vieillissement et donc de ne pas trop se dégrader lors du stockage.

Pendant la cuisson de la peinture, après mise en forme et mise en peinture de la pièce, une partie du carbure de fer va se dissoudre pour reformer du carbone en solution ce qui entraîne une bonne propriété BH.

L'invention consiste donc lors du premier recuit à limiter la baisse de la teneur en carbone en solution afin d'en conserver une teneur de l'ordre de 10 à 15 ppm, puis de transformer ce carbone en solution en carbure de fer lors de second recuit, pour reformer une quantité suffisante de carbone en solution après cuisson de la peinture afin de conférer à la pièce après cuisson de la peinture de bonnes propriétés BH.

Les carbures de fer non remis en solution exercent une influence bénéfique sur la propriété BH.

Plusieurs essais ont été réalisés sur un acier dont la composition est la suivante en millième de pour cent pondéral.

C	Mn	P	S	N	Al	Si	Cu
19	203	9	9	5	52	1	12

Ni	Cr	Sn	Nb	Ti	Mo
30	15	1	<5	<5	3

Cet acier après laminage à froid a subi un premier recuit à 800°C avec un palier de survieillessement à 400°C pendant 30 secondes.

Plusieurs échantillons ont été prélevés et on a fait subir à ces divers échantillons un second recuit à basse température dans des conditions différentes et les échantillons ont subi une opération de skin-pass jusqu'à effacement du palier de limite élastique.

Chaque échantillon a alors subi un traitement thermique similaire à celui d'une cuisson de peinture soit à 170°C pendant 20 minutes.

Pour chaque échantillon, on a relevé les caractéristiques mécaniques en sens travers par rapport à la direction de laminage, le coefficient d'écrouissage  $n$  et l'allongement du palier de limite d'élasticité en pourcentage de déformation plastique  $P\%$ , après le second traitement thermique à basse température ainsi qu'après le traitement thermique de cuisson de la peinture.

Les caractéristiques mécaniques ont été relevées sur des éprouvettes ISO 12,5 x 50 selon la norme NF EN 10002-1.

On a pu ainsi calculer le BHo sans prédéformation, c'est à dire à 0% de déformation.

Comme on le voit à la figure 4, le calcul du BHo a consisté à faire la différence entre la limite inférieure d'écoulement après traitement thermique de cuisson  $Re_L$  et la limite d'élasticité avant traitement thermique de cuisson  $Re$ .

On a également calculé le BH2, c'est à dire le BH à 2% de déformation.

Pour cela, on a étiré l'éprouvette réalisée après le premier traitement thermique pour l'allonger de 2% et on a effectué le traitement thermique de cuisson.

Comme on le voit à la figure 5, le calcul du BH2 prend en compte la contrainte d'écoulement plastique après déformation  $Rp2\%$  avant traitement de cuisson et la limite inférieure d'écoulement après traitement de cuisson.

$BH_2 = Re_L$  Après traitement thermique -  $Rp_{2\%}$  avant traitement thermique

Les résultats de ces essais sont reportés dans le tableau suivant :

Echantillon	Traitement	P%	n	BH <sub>0</sub> (MPa)	BH <sub>2</sub> (MPa)
A	60°C/5h	0,30	0,204	61	93
B	60°C/24h	0,45	0,214	53	88

C	75°C/1h	0,25	0,207	57	90
D	75°C/10h	0,30	0,205	54	91
E	120°C/4h	0,35	0,207	36	72
F	140°C/30"	0,40	0,209	48	82
G	140°C/2h	0,40	0,210	41	72
H	160°C/1h	0,60	0,209	36	70

On constate dans ce tableau que le BH peut dépasser 60 MPa et être compris sans problème entre 50 et 60 MPa ce qui est un accroissement important quasiment jamais atteint dans les procédés connus.

On constate également que l'allongement du palier de limite d'élasticité (P%) reste inférieur à 0,5 ce qui garantit l'absence d'apparition du défaut "vermiculure" lors de l'opération d'emboutissage de la tôle.

Chaque échantillon a été stocké 30 jours à température ambiante afin de contrôler leur vieillissement.

Pour cela, le coefficient d'écrouissage a été mesuré après 6 jours, 9 jours, 15 jours, 22 jours et 30 jours.

Les résultats de ce test de vieillissement sont reportés dans le tableau suivant :

échantillon	B	C	D	F	H
t en jours					
0 jour	0,205	0,214	0,219	0,212	0,213
6 jours	0,199	0,198	0,204	0,196	0,200
9 jours	0,198	0,195	0,202	0,199	0,198
15 jours	0,205	0,194	0,201	0,197	0,203
22 jours	0,204	0,196	0,202	0,200	0,200
30 jours	0,192	0,204	0,206	0,203	0,200

Comme on le voit sur ce tableau, le coefficient d'écrouissage n'évolue pas de façon significative dans le temps et reste élevé, ce qui signifie que le vieillissement naturel des caractéristiques mécaniques reste limité.

### Revendications

1 - Procédé de fabrication d'une tôle en acier doux bas carbone par laminage à chaud d'une brame, puis laminage à froid de la tôle laminée à chaud, et recuit de la tôle laminée à froid, caractérisé en ce que le recuit de la tôle laminée à froid est un premier recuit de recristallisation et de mise en solution du carbone contenu dans l'acier, suivi d'un éventuel palier de survieillessement tel que la teneur en carbone dissous soit supérieure à une valeur déterminée, et en ce que après ce premier recuit, on soumet la tôle à un second recuit à basse température qui précipite le carbone en solution sous forme de carbure de fer, et on effectue une opération d'écrouissage par laminage léger, appelée "skin pass".

2 - Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la teneur en carbone dissous dans l'acier à l'issue du premier recuit est supérieure à 6 ppm, de préférence supérieure à 10 ppm.

3 - Procédé selon les revendications 1 et 2 caractérisé en ce que le premier recuit de la tôle laminée à froid s'effectue à une température comprise entre 750 et 900° pendant une durée déterminée, suivi d'un palier de survieillessement



## EP 0 703 298 A1

dont les conditions de température et de recuit sont comprises dans le domaine représenté sur un graphique durée / température par le rectangle défini par les abscisses 0 et 15 mn et les ordonnées 0 et 850°C. excepté la portion A délimitée par les points A1(15mn.440°C). A2(40".440°C). A3(40". 350°C). A4(15mn.250°C). A1, la courbe reliant les points A3 et A4 étant curviligne.

4 - Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que les conditions de température et de durée du second recuit à basse température sont comprises dans le domaine représenté sur un graphique durée / température par la portion B délimitée par les points B1(1h-50°C). B2(3'. 170°C). B3(20h, 170°C). B4(48h, 120°C). B5(100h, 120°C). B6(100h, 40°C). B1.

5 - Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que le second recuit s'effectue à une température de l'ordre de 75° pendant une durée de l'ordre de 25 heures.

6 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'acier doux bas carbone est un acier ayant la composition suivante en millièmes de pourcent pondéral:

carbone	1	à	100
phosphore	0	à	100
aluminium	10	à	100
manganèse	0	à	1000
azote	1	à	10
silicium	0	à	1000
soufre	0	à	25,

le reste étant du fer et des résiduels issus du procédé d'élaboration.

7 - Tôle d'acier doux bas carbone. caractérisé en ce qu'elle est obtenue le procédé selon les revendications 1 à 6.

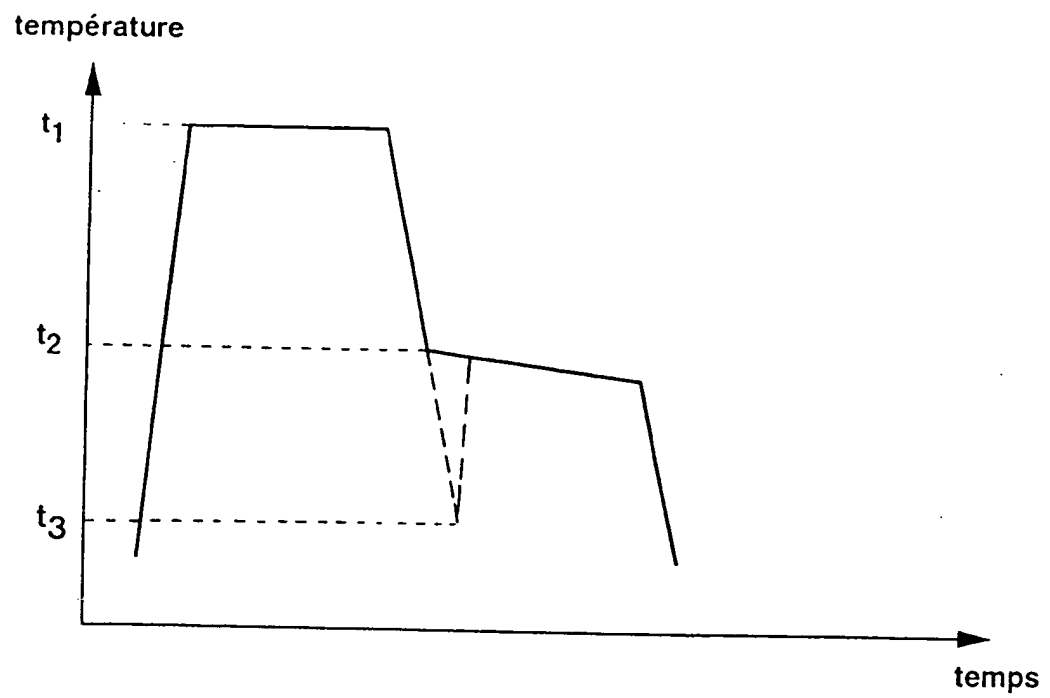


Fig. 1

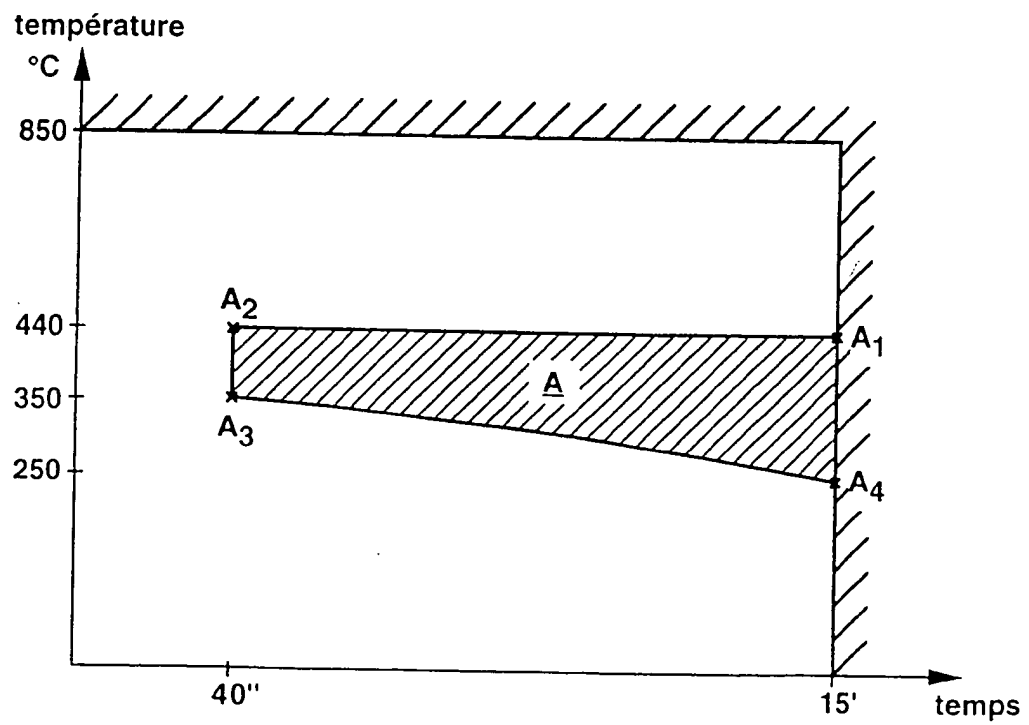


Fig. 2

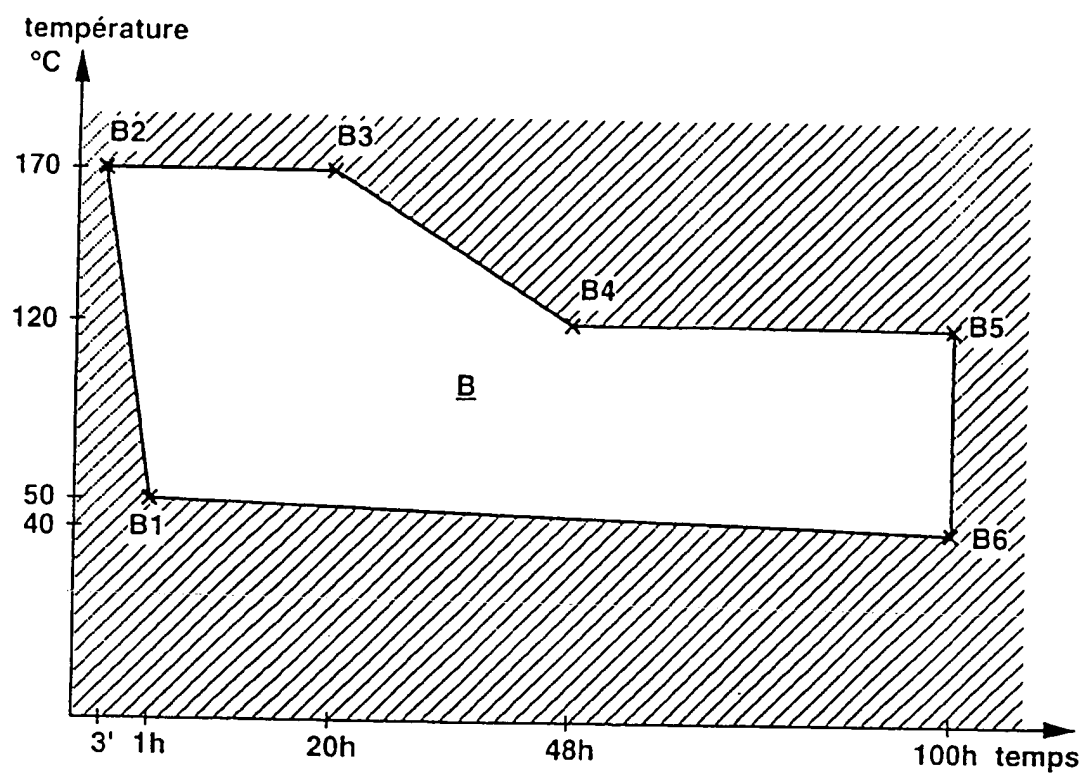


Fig. 3

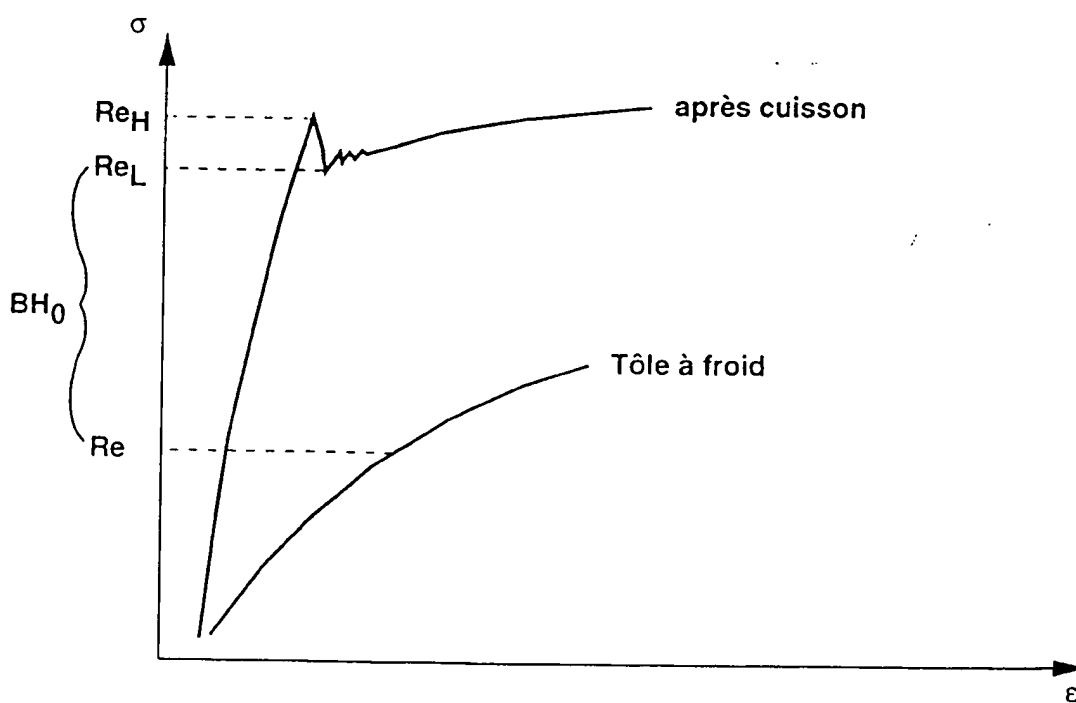


Fig. 4

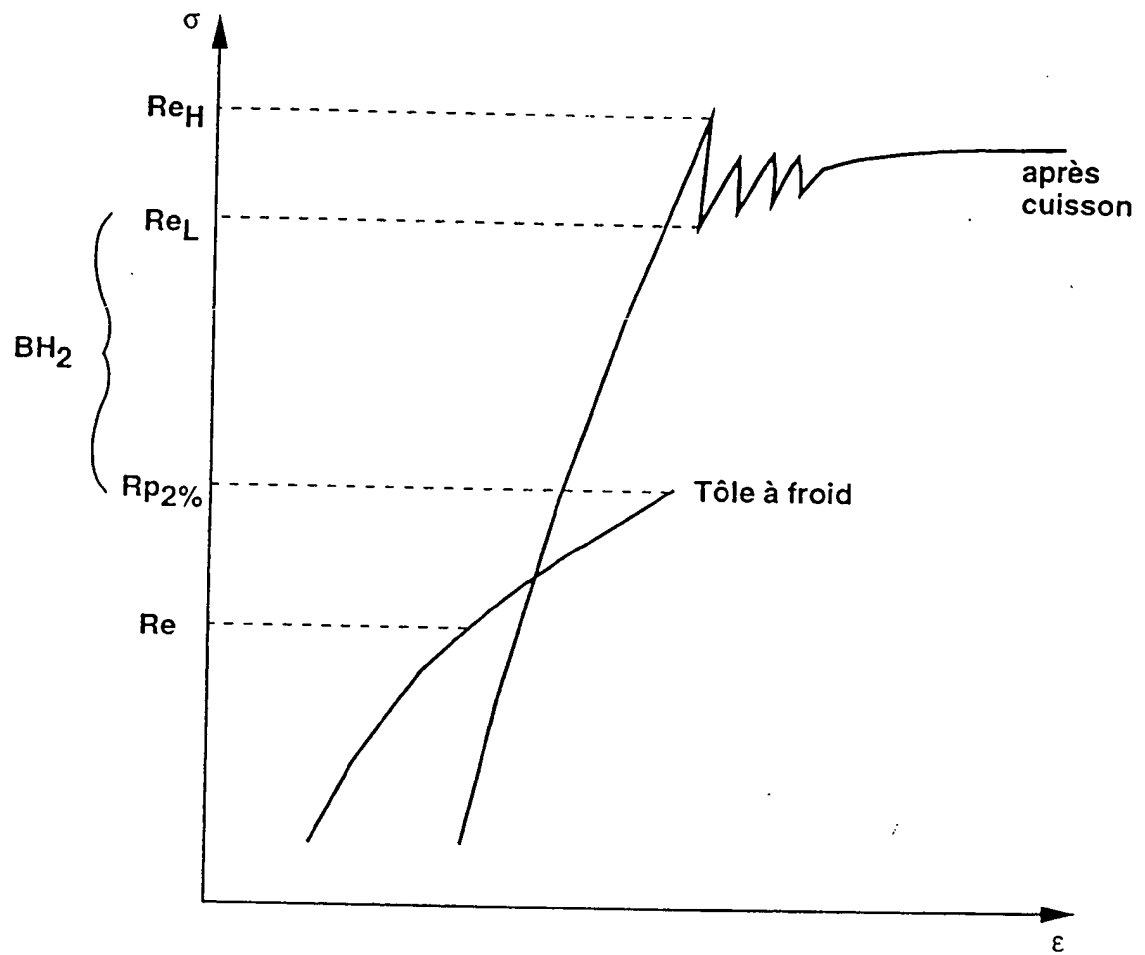


Fig. 5



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 95 40 1923

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
A	FR-A-2 291 277 (NIPPON KOKAN) * revendication 1 * ---	1	C21D8/04
A	EP-A-0 075 803 (NIPPON STEEL) * revendication 1; figure 1 * ---	1	
A	US-A-3 936 324 (K. UCHIDA ET AL.) * revendication 3 * ---	1	
A	GB-A-2 085 331 (NIPPON STEEL) * revendication 1 * ---	1	
A	EP-A-0 521 808 (SOLLAC) * revendications 1-4 * ---	1	
A	EP-A-0 581 629 (SOLLAC) * revendications 4-8 * -----	1	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			C21D C22C
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
BERLIN		29 Décembre 1995	Sutor, W
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		I : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1503 02/82 (P04/02)